

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-188247

(43)Date of publication of application : 16.08.1991

(51)Int.Cl.

C22F 1/08
H01B 1/02
// C22C 9/06

(21)Application number : 01-322703

(71)Applicant : NIPPON MINING CO LTD

(22)Date of filing : 14.12.1989

(72)Inventor : HIRANO YASUO

(54) PRODUCTION OF HIGH STRENGTH AND HIGH CONDUCTIVITY COPPER ALLOY EXCELLENT IN BENDABILITY

(57)Abstract:

PURPOSE: To produce a high strength and high conductivity copper alloy having superior bendability by subjecting a copper alloy with a specific composition to solution treatment at specific temp., to final cold working at a specific draft, and then to ageing treatment at a specific temp.

CONSTITUTION: A copper alloy which has a composition consisting of, by weight, 0.4-4.0% Ni, 0.1-1.0% Si, 0.1-3.5% Sn, and the balance Cu, with inevitable impurities and satisfying $[\text{wt.\% Ni}] + [\text{wt.\% Si}] + [\text{wt.\% Sn}] < 5.0$ is produced. This copper alloy is subjected, in succession, to final solution treatment at $\geq 700^\circ \text{C}$ for regulating crystalline grain size to $1-10\mu\text{m}$, to final cold rolling at $< 40\%$ draft, and then to ageing treatment at $300-700^\circ \text{C}$. By this method, this copper alloy can meet the recent demand for the miniaturization of electronic parts and the thinning of material.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑫ 公開特許公報(A) 平3-188247

⑪ Int.Cl.⁵

C 22 F 1/08

H 01 B 1/02

// C 22 C 9/06

識別記号

B

P

A

庁内整理番号

8015-4K

8015-4K

7244-5G

8015-4K

⑬ 公開 平成3年(1991)8月16日

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全6頁)

⑭ 発明の名称 曲げ加工性の良好な高強度高導電銅合金の製造方法

⑮ 特 願 平1-322703

⑯ 出 願 平1(1989)12月14日

⑰ 発 明 者 平 能 康 雄 神奈川県高座郡寒川町倉見3番地 日本鋳業株式会社倉見工場内

⑱ 出 願 人 日本鋳業株式会社 東京都港区虎ノ門2丁目10番1号

⑲ 代 理 人 弁理士 小松 秀岳 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

曲げ加工性の良好な高強度高導電銅合金の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) Ni 0.4~4.0 wt%、Si 0.1~1.0 wt%、Sn 0.1~3.5 wt%を含み、かつ [wt% Ni] + [wt% Si] + [wt% Sn] < 5.0 で、残部 Cu 及び不可避免的不純物からなる銅合金の製造において、

(I) 結晶粒度を 1~10 μm に調整する、700℃以上の温度での最終の溶体化処理

(II) 加工度 40% 未満の最終の冷間圧延

(III) 300~700℃の温度での時効処理

からなる工程を番号順に順次行うことを特徴とする曲げ加工性の良好な高強度高導電銅合金の製造方法。

(2) Ni 0.4~4.0 wt%、Si 0.1~1.0 wt%、Sn 0.1~3.5 wt%を含み、かつ、[wt% Ni] + [wt% Si] + [wt% Sn] < 5.0

で、残部 Cu 及び不可避免的不純物からなる銅合金の製造において、

(I) 結晶粒度を 1~10 μm に調整する、700℃以上の温度での最終の溶体化処理

(II) 最終溶体化処理直後の加工度 x % (0 ≤ x < 40) の冷間圧延

(III) 300~700℃の温度での時効処理

(IV) 加工度 Y% (0 < {1 - (1 - X/100)(1 - Y/100)} × 100 < 40) の最終の冷間圧延

(V) 150~800℃の温度で再結晶しない時間の熱処理

からなる工程を番号順に順次行うことを特徴とする曲げ加工性の良好な高強度高導電銅合金の製造方法。

(3) Ni 0.4~4.0 wt%、Si 0.1~1.0 wt%、Sn 0.1~3.5 wt%、かつ、[wt% Ni] + [wt% Si] + [wt% Sn] < 5.0 で、更に副成分として Fe、Mg、Al、Cr、Mn、Co、Zn、Ti、Zr、Pb、Cd、In、Ag、P の中から 1 種又は 2 種以上を 0.001

～2.0 wt% 含み、残部 Cu 及び不可避免的不純物からなる銅合金の製造において、

(1) 結晶粒度を $1 \sim 10 \mu\text{m}$ に調整する、700℃以上の温度での最終の溶体化処理

(II) 加工度40%未満の最終の冷間圧延

(III) 300～700℃の温度での時効処理

からなる工程を番号順に順次行うことを特徴とする曲げ加工性の良好な高強度高導電銅合金の製造方法。

(4) Ni 0.4～4.0 wt%、Si 0.1～1.0 wt%、Sn 0.1～3.5 wt% を含み、かつ、 $[\text{wt\% Ni}] + [\text{wt\% Si}] + [\text{wt\% Sn}] < 5.0$ で、更に副成分として Fe、Mg、Al、Cr、Mn、Co、Zn、Ti、Zr、Pb、Cd、In、Ag、P の中から1種又は2種以上を 0.001～2.0 wt% 含み、残部 Cu 及び不可避免的不純物からなる銅合金の製造において

(1) 結晶粒度を $1 \sim 10 \mu\text{m}$ に調整する、700℃以上の温度での最終の溶体化処理

(I) 最終溶体化処理直後の加工度 $x\%$ ($0 \leq x < 40$) の冷間圧延

(II) 300～700℃の温度での時効処理

(III) 加工度 $Y\%$ ($0 < (1 - (1 - X/100)(1 - Y/100)) \times 100 < 40$) の最終の冷間圧延

(IV) 150～800℃の温度で再結晶しない時間の熱処理からなる工程を番号順に順次行うことを特徴とする曲げ加工性の良好な高強度高導電銅合金の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明の製造方法は、電子部品を始めとする良好な曲げ加工性が要求され、場合によっては高いばね性が要求されるあらゆる分野の製品の製造に利用可能である。

〔従来の技術〕

従来、強度が要求される電子部品には、黄銅、洋白、りん青銅、ベリリウム銅等の銅合金や、ステンレス等の鉄合金が用いられている。これらの電子部品用の材料の中で、洋白は光沢が美

しく、展延性、耐疲労性、耐食性が良く、電子、通信、情報、電機計測機器用のスイッチ、コネクター、リレーなどに幅広く用いられている。

ところで、近年、部品の小型化が各方面で急速に進んでいる。部品を小型化する場合、材料も薄いものになることから、材料は高強度でなければならない。又、部品の熱容量が小さくなることから、通電時の発生熱が小さく、熱放散性に優れることも必要になるので、材料は高導電でなければならない。更に、材料の曲げ部の曲げ半径も小さくなるため、材料は曲げ加工性に優れていなければならない。

ところが、洋白の強化機構は、Cu 中への Ni、Zn の固溶強化と冷間加工（圧延）による加工硬化の組合せによるものであり、高強度で高導電の洋白を得ようとする、Ni、Zn 濃度を低くし、かつ、冷間圧延の加工度を高くしなければならず、そのため曲げ加工性が悪くなる。特に曲げ軸が圧延方向に対し平行方向の曲げ加工性が悪くなる。又、Ni、Zn 濃度の

低い洋白の加工硬化による強度の向上もおおのずと限界がある。現在用いられている JIS 規格のばね用洋白 (7701) は高強度であり、曲げ加工性も極めて良好であるが、導電率が低く高価な Ni を 18% も含有しているため、地金コストも高い。

これに対して、本発明の製造方法で対象とする Sn 添加コルソン合金は、Cu、Ni、Si、Sn が主成分の高強度高導電性銅合金である。この合金の強化機構は、Ni、Si による析出硬化と Sn による固溶強化を組合せたものである。一般に、コルソン合金の板条は他の分散強化型銅合金と同様曲げ加工性が極めて悪い。又、コルソン合金への Sn の添加は、曲げ加工性を更に劣化させる。このため、Sn を添加したコルソン合金は、IC リードフレームのような厳しい曲げ加工を施さない用途の材料にしか用いられていないのが現状である。

〔発明が解決しようとする課題〕

上述のように、部品の小型化に伴い、材料は

高強度高導電であり、曲げ加工性も良好であることが要求されるようになってきているが、元来、高強度で高導電であるSn添加コルソン合金の曲げ加工性の改善が課題とされてきた。

〔課題を解決するための手段〕

本発明はこのような点に鑑み、曲げ加工性に優れた高強度高導電銅合金の製造方法を提供するものである。

すなわち、本発明は、Ni 0.4~4.0 wt%、Si 0.1~1.0 wt%、Sn 0.1~3.5 wt%を含み、かつ、 $[\text{wt\% Ni}] + [\text{wt\% Si}] + [\text{wt\% Sn}] < 5.0$ で、あるいは更に副成分として、Fe、Mg、Al、Cr、Mn、Co、Zn、Ti、Zr、Pb、Cd、In、Ag、Pの中から1種又は2種以上を0.001~2.0 wt%含み、残部Cu及び不可避免的不純物からなる銅合金の製造において、

(I) 結晶粒度を $1\sim 10\mu\text{m}$ に調整する、700℃

以上の温度での最終の溶体化処理

(II) 加工度40%未満の最終の冷間圧延

田付け性が著しく劣化するためである。Si含有量を0.1~1.0 wt%としたのは、Si含有量が0.1wt%未満では、Niを共添して時効処理を行っても高い導電性は得られず、Siが1.0 wt%を超えると、加工性、導電性が著しく低下し、半田付け性も劣化するためである。

Snを含有するのは、Ni、Siによる析出硬化だけでは強度、ばね性が不十分であることから、Snによる固溶強化を期待するためであり、0.1wt%未満では効果はなく、3.5wt%を超えると、導電性が低下し、又、熱間加工性も悪くなるためである。又、Ni、Si、Snの含有量を $[\text{wt\% Ni}] + [\text{wt\% Si}] + [\text{wt\% Sn}] < 5.0$ とするのは、5.0wt%以上では曲げ加工性が劣化するためである。

又、副成分として、Fe、Mg、Al、Cr、Mn、Co、Zn、Ti、Zr、Pb、Cd、In、Ag、Pのうち1種又は2種以上を総量で0.001~2.0 wt%添加する理由は、これらの副成分を添加することにより、強度、ばね特性

(III) 300~700℃の温度での時効処理

からなる工程、あるいは

(I) 結晶粒度を $1\sim 10\mu\text{m}$ に調整する、700℃

以上の温度での最終の溶体化処理

(II) 最終溶体化処理直後の加工度 $x\%$ ($0 \leq x < 40$)の冷間圧延

(III) 300~700℃の温度での時効処理

(IV) 加工度 $Y\%$ ($0 < \{1 - (1 - X/100)(1 - Y/100)\} \times 100 < 40$)の最終の冷間圧延

(V) 150~800℃の温度で再結晶しない時間の熱処理からなる工程を、番号順に順次行うことを特徴とする方法である。

〔本発明の具体的説明〕

次に本発明の各成分及び製造条件の限定理由を述べる。

本発明でNi含有量を0.4~4.0 wt%としたのは、Ni含有量が0.4wt%未満ではSiを共添し、時効処理を行っても強度が低く、ばね性が十分ではなく、Ni含有量が4.0wt%を超えると、強度は得られるが、導電性が低下し、半

を向上させるためであるが、0.001wt%未満では効果はなく、2.0wt%を超えると、導電性が低下し、加工性も劣化するためである。

次に、溶体化処理を行うのは、後の時効処理で高強度高導電の材料を得るためである。処理温度を700℃以上とするのは、700℃未満ではNi、Siの組成によっては、Ni、Siが未固溶となり、時効硬化型銅合金の特徴である高強度が得られないためである。又、結晶粒度を $1\sim 10\mu\text{m}$ とするのは、結晶粒度は曲げ加工性に大きく影響を及ぼすためである。結晶粒度が $1\mu\text{m}$ 未満では、未再結晶部分と再結晶部分とが混合した組織となり曲げ加工性が悪くなり、材料は割れやすくなる。又、 $10\mu\text{m}$ を超えると粒界に沿っての肌あれが生じやすくなり、曲げ半径が小さい場合は割れることもある。

溶体化処理後に1回又は2回の冷間圧延を行うのは、加工硬化により強度を得るためである。冷間圧延の加工度を40%未満とするのは、40%以上では圧延による集合組織の発達が目著しに生

じ、異方性が大きくなり、圧延方向と平行方向の曲げ軸での曲げ加工性が著しく劣化するためである。

なお、本発明の製造方法において、Ni、Si、Snの総濃度、結晶粒度及び冷間圧延加工度の規定は、良好な曲げ加工性を得るために必要不可欠であり、そのすべてがいずれも規定した条件を満たさない限り、良好な曲げ性を有する材料は得られない。

時効処理は、強度、導電性を向上させるために必要であるが、時効処理温度を300～700℃とする理由は、300℃未満では時効処理に時間がかかり、経済的ではなく、700℃を超えると、Ni、Siの組成によっては、Ni、Siが固溶してしまい、時効硬化型の合金の特徴である強度及び導電性が得られないためである。実操作的には420～480℃での時効処理が推奨される。

150～800℃の温度で再結晶させないで熱処理を行う理由は、冷間加工後に再結晶させない

熱処理を行うことにより、ばね特性、曲げ加工性を更に向上させるためであり、150℃未満では熱処理時間が極めて長くなり、経済的でなく、800℃を超えると、熱処理時間が短くなり、特性の制御が困難になるためである。又、この熱処理を350～700℃の温度で行えば、材料は時効され、更に高い導電性が得られる。

なお、本発明の製造条件の規定は、最終の溶体化処理以降の工程に関してのものであり、それ以前の工程、製造条件は任意のものでかまわない。すなわち、最終の溶体化処理以前に行う溶体化処理、熱間圧延、中間焼鈍、冷間圧延といった工程について、本発明方法は何ら規定しない。

【実施例】

本発明を実施例をもって具体的に説明する。

第1表に示した成分の銅合金に、表中の結晶粒度に調整する最終の溶体化処理、最終溶体化処理後の冷間圧延、時効処理、最終の冷間圧延、再結晶しない条件での焼鈍を順次行い、0.20mm

の板とした。最終の溶体化処理後の2回の冷間圧延の加工度は第1表に示すものとした。

これらの例について引張強さ、伸び、ばね限界値、導電率、曲げ加工性、耐食性、耐応力腐食割れ性（以下耐SCC性と称す）、はんだ付け性、はんだ耐熱剥離性を調査した。引張強さ、伸びはJIS 5号引張試験片を用い測定した。ばね限界値は10mm幅で100mm長さの短冊に加工し測定した。導電率は10mm幅で100mm長さの短冊に加工し、4端子法により測定した。耐食性はJIS H 8502に準じ、試料表面を#1200エメリー紙にて研磨後、40℃、90%RHにおいて25ppm SO₂雰囲気中に14日間暴露し、暴露前後の重量変化を測定した。この単位は腐食減量を示す(mdd: mg/dm²/day)。

耐SCC性は12.5mm幅で150mm長さの短冊試験片に加工し、第1図に示すようにこの短冊1をループ状にタコ糸2で縛り、2倍に純水で希釈したアンモニア水3を含む20mlデシケータ内に暴露し、割れが発生するまでの日数を調査

した。はんだ付け性は試料表面を#1200エメリー紙にて研磨した後、10mm幅で50mmの長さ加工し、沸騰蒸気に1時間暴露後ロジン系フラックスを用い、230℃の60Sn/40Pbはんだに5秒間浸漬し、外観を観察し、95%以上の面積がはんだにより被覆されている場合を良好とした。又、曲げ加工性は、10mm幅に試料を加工した後、JIS Z 2248に準じ180°曲げ試験を行い、曲げ部の外観を観察した。曲げ軸は圧延方向に平行方向(Bad way)とし、内側曲げ半径は0.2mm(板厚)と同一とした。曲げ加工性の判定は外観により、良好、肌荒れ、割れ発生と3段階とした。

第1表

No.	化 学 成 分 (wt%)				製 造 条 件			引張強さ (kgf/mm ²)	伸 び (%)	曲げ 加工 性	導電率 (% IACS)	曲げ 加工 性	耐蝕性(SO ₂ 曝露後) (8)	耐SCC 性 (8)	はん だ付 け性	
	Ni	Si	Sn	耐 成 分	総酸濃度 (μm)	冷間圧延率(%)										
						1回目	2回目									
本 発 明 例	1	1.6	0.4	0.5	—	5	10	5	63	14	51	35	良好	15	>14	良好
	2	1.6	0.4	0.5	0.1Fe-0.03P	5	10	5	64	15	54	33	良好	15	>14	良好
	3	1.6	0.4	0.5	0.2Mg-0.01P	5	10	5	72	13	63	33	良好	16	>14	良好
	4	1.6	0.4	0.5	0.05Al	5	10	5	64	14	53	31	良好	12	>14	良好
	5	1.6	0.4	0.5	0.1Cr-0.05Zr	5	10	5	71	13	61	34	良好	19	>14	良好
	6	1.6	0.4	0.5	0.1Fe-0.05Ti	5	10	5	69	13	60	33	良好	14	>14	良好
	7	1.6	0.4	0.5	0.1In-0.05Cd	5	10	5	63	14	54	32	良好	18	>14	良好
	8	1.6	0.4	0.5	0.05Ag-0.01Pt	5	10	5	64	12	53	32	良好	15	>14	良好
	9	1.6	0.4	0.5	0.05Mn	5	10	5	63	14	54	31	良好	15	>14	良好
	10	1.6	0.4	0.5	0.4Co	5	10	5	68	13	58	38	良好	15	>14	良好
比 較 例	11	1.6	0.4	0.5	0.4Zn	5	10	5	63	12	54	34	良好	16	>14	良好
	12	2.0	0.6	0.5	0.4Zn	5	10	10	71	15	60	32	良好	15	>14	良好
	13	1.6	0.4	0.5	—	5	25	25	66	13	54	35	割れ	19	>14	良好
	14	1.6	0.4	0.5	—	15	10	5	62	14	51	35	割れ	13	>14	良好
	15	3.2	0.7	1.25	—	5	10	5	74	13	64	30	割れ	15	>14	良好
	16	1.6	0.05	0.05	—	5	10	5	43	12	34	23	良好	17	>14	良好
	17	1.6	0.4	0.05	—	5	10	5	56	15	38	47	良好	16	>14	良好
	18	4.9	1.0	0.5	—	5	10	5	82	15	71	29	割れ	14	>14	不良
	19	市販品			26Zn-18Ni	—	—	—	69	7	60	5	良好	57	7	良好
	20	市販品			18Zn-18Ni	—	—	—	61	8	51	6	良好	44	5	良好

第1表から、本発明例は、高強度高導電で、曲げ加工性も良好で、他の特性も良好であることが判る。

比較例No.13は、冷間圧延の加工度が高く、180°密着曲げ試験において割れが生じる。比較例No.14は、結晶粒度が大きく、180°曲げ試験において割れが生じる。比較例No.13、14はいずれも製造条件が不適当であるため、本発明例に比べて曲げ加工性が劣化した例である。比較例No.15は、Ni、Si、Snの総濃度が高過ぎるため180°曲げ試験において割れが生じる。比較例No.16はSi、Sn濃度が規定より低く、時効処理、冷間圧延を行っても高強度とならない。比較例No.17はSn濃度が規定より低く、強度が不十分である。比較例No.18は、第1表中で最も高強度であるが、Ni濃度が規定より高いため半田付け性が悪い。又、Ni、Si、Sn総濃度が規定より高いため曲げ加工性も悪い。比較例No.19はJIS規格のばね用洋白(C7701R-H)である。高強度で曲げ加

工性も良好であるが、本発明例に比べて導電率が低い。比較例No.20はJIS規格の洋白2種(C7521R-H)の低温焼鈍品である。高強度で曲げ加工性も良好であるが導電率が低い。

一方、本発明例は、比較例と同等もしくはそれらを上回る強度を有しており、又、JIS規格の洋白よりも高導電であり、曲げ加工性をはじめとする他の諸特性も良好である。

[発明の効果]

本発明の製造方法を採用することにより、曲げ加工性の良好な高強度高導電銅合金を得ることが可能となり、電子部品の小型化、材料の薄肉化に対応することができる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は耐SCC試験片の斜視図を示す。

1…短冊、2…タコ糸。

特許出願人 日本鉱業株式会社

代理人 弁理士 小松 秀岳

代理人 弁理士 旭 宏

代理人 弁理士 加々美 紀雄

第 1 図

